

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : ~~64~~¹-057602

(43)Date of publication of application : 03.03.1989

(51)Int.Cl.

H01F 1/11
C01G 49/02
G11B 5/706
G11B 5/84

(21)Application number : 62-214370

(71)Applicant : TODA KOGYO CORP

(22)Date of filing : 27.08.1987

(72)Inventor : KUROKAWA HARUMI
OKINAKA KENJI
NAKAMURA TATSUYA

(54) MANUFACTURE OF SPHEROIDAL PARTICLE-SHAPED POWDER OF MAGNETIC IRON OXIDE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain magnetic iron oxide particles which have no air hole on the surface and in the inside thereof and effectively a high density, and have a uniform particle size and have not include tree-like particles, and have a small axis ratio, by heating and reducing the hematite particles produced by adding a phosphorus compound to the acidic suspension of β -FeOOH particles and performing a water and heat treatment.

CONSTITUTION: To an acidic suspension containing β -FeOOH particles having a specific surface area of 150m²/g or higher at a concentration lower than 0.1mol/l, a phosphorus compound of 0.1W2.0atomic% by a P-conversion relative to Fe(III) in the suspension is added, and a water and heat treatment is performed at a temperature of 100W130° C, thereby producing spheroidal hematite particles. And, the hematite particles are heated and reduced in a reducing gas to spheroidal magnetite particles, or they are further oxidized to spheroidal magnetite particles. For instance, after adding orthophosphoric acid to a suspension having a pH of 1.3 which contains β -FeOOH particles obtained by heating at 80° C a FeCl₃ aqueous solution containing 0.05mol/l of Fe³⁺, it is placed in a sealed vessel and applied with a water and heat treatment at 125° C, thereby producing hematite particles.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

JP-A-1-57602
昭64-57602

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和64年(1989)3月3日

H 01 F 1/11
C 01 G 49/02
G 11 B 5/706
5/84

N-7354-5E

7202-4G

7350-5D

Z-7350-5D

審査請求 未請求 発明の数 1 (全8頁)

Publication date: March 3, 1989

⑮ 発明の名称 回転楕円形を呈した磁性酸化鉄粒子粉末の製造法

⑯ 特 願 昭62-214370

⑰ 出 願 昭62(1987)8月27日

⑱ 発 明 者 黒 川 晴 己 広島県広島市中区国泰寺町2-3-3
⑲ 発 明 者 沖 中 健 二 広島県大竹市黒川3-7-9
⑳ 発 明 者 中 村 龍 哉 広島県広島市安佐北区落合南7-12-8-3
㉑ 出 願 人 戸田工業株式会社 広島県広島市西区横川新町7番1号

明 細 書

1. 発明の名称

回転楕円形を呈した磁性酸化鉄粒子粉末の製造法

2. 特許請求の範囲

- (1) 比表面積が 150 m²/g 以上である β -FeO_{0.8} 粒子を 0.1 mol/l 未満の濃度で含む酸性懸濁液に、当該懸濁液中の Fe₂O₃ に対し P 換算で 0.1 ~ 2.0 原子% のリン化合物を添加し、次いで、100 ~ 130 °C の温度範囲で水熱処理することにより、回転楕円形を呈したヘマタイト粒子を生成させ、該ヘマタイト粒子を還元性ガス中で加熱還元して回転楕円形を呈したマグネタイト粒子とするか、又は、更に酸化して回転楕円形を呈したマグヘマイト粒子とすることを特徴とする回転楕円形を呈した磁性酸化鉄粒子粉末の製造法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、磁気記録用磁性酸化鉄粒子粉末、殊に、リジッドディスク、フロッピーディスク、デ

ィジタル記録用磁性酸化鉄粒子粉末として好適である粒子表面並びに粒子内部に空孔が存在しておらず実質的に高密度であって、且つ、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、しかも軸比(長軸:短軸)が小さい回転楕円形を呈した磁性酸化鉄粒子粉末の製造法に関するものである。

(従来の技術)

近年、磁気記録再生用機器の長時間記録化、小型軽量化が進むにつれて、これら磁気記録再生用機器と磁気テープ、磁気ディスク等の磁気記録媒体との両面において高性能化、高密度記録化の要求が高まってきている。

磁気記録媒体の高性能化、高密度化の為に、残留磁束密度 Br の向上が必要である。磁気記録媒体の残留磁束密度 Br は、磁性酸化鉄粒子粉末のピークル中での分散性、塗膜中での配向性及び充填性に依存している。

そして、ピークル中での分散性、塗膜中での配向性及び充填性を向上させるためには、ピークル中に分散させる磁性酸化鉄粒子粉末の粒子表面並

びに粒子内部に空孔が存在しておらず実質的に高密度であって、且つ、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、また、粒子の形状から言えば、回転楕円形を呈した粒子が要求される。

一方、磁気記録再生用機器における高記録密度化の改良方法の一つは、磁気ヘッドギャップ巾を狭くすることである。

従来から採用されている長手記録方式（磁性層の長手方向に信号を記録する方法）における記録媒体と磁気ヘッドの記録原理は、株式会社総合技術センター発行「磁性材料の開発と磁粉の高分散化技術」（1982年）の第18頁の「リングヘッド（図2a）では、巻き線の信号電流によって磁心のギャップ付近に円弧状の磁界ができる。これは、ギャップの中心で強い長手方向成分をもつので、媒体は主に長手（面内）方向に磁化される。」なる記載の通りである。

近年、高密度記録化を目的として、磁気ヘッドのギャップ巾は、益々狭くなる方向にあるが、磁気ヘッドのギャップ巾を狭くした場合、磁心のギ

ャップ付近の磁界は、長手成分とともに強い垂直成分が含まれるようになる。この為、ヘッドと接触している磁気記録媒体の表面層では、媒体に対して垂直な方向の磁束分布が著しく増加する。

従って、高密度記録化の為に磁気記録媒体中で媒体に垂直な方向に磁化容易方向を持たせることが好ましい。

磁性酸化鉄粒子粉末を塗膜中で三次元的にランダムに配向させ、垂直成分を増加させる為には、前述した通り粒度が均斉であり、樹枝状粒子が混在していないことに加えて、磁性酸化鉄粒子粉末の軸比（長軸：短軸）を出来るだけ小さくすることが有効である。

現在、磁気記録用磁性粒子粉末として主に針状晶マグネタイト粒子粉末または、針状晶マグヘマイト粒子粉末が用いられている。これらは一般に、第一鉄塩水溶液とアルカリとを反応させて得られる水酸化第一鉄粒子を含むpH11以上のコロイド水溶液を空気酸化し（通常、「湿式反応」と呼ばれている。）で得られる針状 α -Fe₃O₄粒子を、空気

3

中300℃付近で加熱、脱水してヘマタイト粒子となし、更に、水素等還元性ガス中300～400℃で還元して針状マグネタイト粒子とし、または次いでこれを、空气中200～300℃で酸化して針状マグヘマイト粒子とすることにより得られている。
（発明が解決しようとする問題点）

粒子表面並びに粒子内部に空孔が存在しておらず実質的に高密度であって、且つ、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、しかも、軸比（長軸：短軸）が小さい回転楕円形を呈した磁性酸化鉄粒子粉末は、現在最も要求されているところであるが、出発原料である針状ゲータイト粒子を製造する前述の公知方法により得られた粒子粉末は、軸比（長軸：短軸）が10：1以上の針状形態を呈した粒子であり、樹枝状粒子が混在しており、また粒度から言えば、均斉な粒度を有した粒子であるとは言い難く、該針状ゲータイト粒子を出発原料として用い、還元、酸化して得られた磁性酸化鉄粒子粉末もまた、樹枝状粒子が混在しており、また粒度から言えば、均斉な粒度を有した粒子で

4

あるとは言い難いものである。

一方、ゲータイト粒子の製造方法として、特開昭50-80999号公報に記載の方法がある。即ち、特開昭50-80999号公報に記載の方法は、第一鉄塩溶液と炭酸アルカリとを反応させて得られたFeCO₃を含む水溶液に酸素含有ガスを通気して酸化する方法である。この方法による場合には、粒度が均斉であり、樹枝状粒子が混在しておらず、回転楕円形を呈したゲータイト粒子が得られる。

しかしながら、前記公知方法又は上記特開昭50-80999号公報に記載の方法により得られたゲータイト粒子粉末を出発原料として常法により磁性酸化鉄粒子粉末を得た場合、ゲータイト粒子を加熱脱水して得られるヘマタイト粒子は脱水により、粒子表面並びに粒子内部に多数の空孔を生じ、次いで、該ヘマタイト粒子を還元、又は、必要により更に酸化して得られるマグネタイト粒子又はマグヘマイト粒子もまた粒子表面並びに粒子内部に多数の空孔が分布していることが観察される。

このように、粒子表面並びに粒子内部に多数の

空孔を有する磁性酸化鉄粒子粉末は、ビークル中での分散が悪いものである。

磁性酸化鉄粒子の粒子表面並びに粒子内部に発生した空孔をなくす試みは、例えば特公昭38-26156号公報及び粉体および粉末冶金協会昭和43年度春季大会講演概要集2-6に記載の通り、従来からなされているが、いずれの方法も、粒子表面並びに粒子内部に発生した空孔をなくする為に高温で加熱する必要がある、その結果、粒子及び粒子相互間で焼結が生じ、これを還元、酸化して得られた磁性酸化鉄粒子粉末の保磁力は極度に低下し、また、磁性塗料を製造する際のビークル中への分散も悪くなるという欠点があった。

一方、磁性酸化鉄粒子の粒子表面並びに粒子内部に一旦発生した空孔をなくする方法ではなく、粒子表面並びに粒子内部に空孔のない粒子を出発原料として磁性酸化鉄粒子を得る方法も試みられている。

この方法は、水溶液中から直接針状晶ヘマタイト粒子を生成させ、該針状晶ヘマタイト粒子を出

発原料として還元、酸化することにより針状晶磁性酸化鉄粒子を得る方法である。

即ち、粒子表面並びに粒子内部の空孔は、前述した通り、針状晶ゲータイト粒子を加熱脱水して針状晶ヘマタイト粒子とする際の脱水により発生するものであるから、水溶液中から直接針状晶ヘマタイト粒子を生成させれば、脱水工程を省略することができ、従って、粒子表面並びに粒子内部に空孔の全くない針状晶ヘマタイト粒子を得ることができ、該ヘマタイト粒子を出発原料として還元、酸化して得られた針状晶磁性酸化鉄粒子もまた粒子表面並びに粒子内部に空孔が全くないものとなる。

上述したところから明らかな通り、粒子表面並びに粒子内部に空孔が全く存在しておらず実質的に高密度であって、且つ、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、しかも軸比（長軸：短軸）が小さい回転楕円形を呈した磁性酸化鉄粒子粉末を得る為には、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、しかも軸比（長軸：短軸）が小さい回

7

転楕円形を呈したヘマタイト粒子を水溶液中から直接生成させる方法が強く要望されているのである。

（問題点を解決する為の手段）

本発明者は、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、しかも軸比（長軸：短軸）が小さい回転楕円形を呈したヘマタイト粒子を水溶液中から直接生成させる方法について種々検討を重ねた結果、本発明に到達したのである。

即ち、本発明は、比表面積が $150 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上である $\beta\text{-FeOOH}$ 粒子を 0.1 mol/l 未満の濃度で含む酸性懸濁液に、当該懸濁液中の Fe(III) に対し P 換算で $0.1 \sim 2.0$ 原子%のリン化合物を添加し、次いで、 $100 \sim 130^\circ\text{C}$ の温度範囲で水熱処理することにより、回転楕円形を呈したヘマタイト粒子を生成させ、該ヘマタイト粒子を還元性ガス中で加熱還元して回転楕円形を呈したマグネタイト粒子とするか、又は、更に酸化して回転楕円形を呈したマグヘマイト粒子とすることよりなる回転楕円形を呈した磁性酸化鉄粒子粉末の製造法である。

9

8

（作 用）

先ず、本発明において最も重要な点は、比表面積が $150 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上である $\beta\text{-FeOOH}$ 粒子を 0.1 mol/l 未満の濃度で含む酸性懸濁液に、当該懸濁液中の Fe(III) に対し P 換算で $0.1 \sim 2.0$ 原子%のリン化合物を添加し、次いで、 $100 \sim 130^\circ\text{C}$ の温度範囲で水熱処理した場合には、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、しかも軸比（長軸：短軸）が小さい回転楕円形を呈したヘマタイト粒子を水溶液中から直接生成させることができ、該ヘマタイト粒子を加熱還元して得られるマグネタイト粒子及び必要により更に加熱酸化して得られるマグヘマイト粒子もまた、出発原料であるヘマタイト粒子の粒子形状を保持継承していることによって粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、しかも軸比（長軸：短軸）が小さい回転楕円形を呈した粒子であるという事実である。

本発明において回転楕円形を呈したヘマタイト粒子が生成する理由について、本発明者は、後出の比較例に示す通り、リン化合物を添加しない場

合には、等方的なヘマタイト粒子が生成することから、リン化合物が生成するヘマタイト粒子の粒子形態に関与しているものと考えている。

尚、従来、水溶液中から直接ヘマタイト粒子を生成する方法として、例えば、特公昭55-4694号公報、特公昭55-22416号公報、特開昭57-92527号公報及び特開昭51-8193号公報に記載の方法があるが、いずれの方法もpH10以上のアルカリ性領域における反応であり、アルカリを全く使用しない本発明とは相違するものである。

次に、本発明実施にあたっての諸条件について述べる。

本発明における β -FeOOH粒子粉末は、比表面積が150 ml/g以上であることが必要である。150 ml/g以下である場合には、ヘマタイト粒子の生成反応に長時間を要する。150 ml/g以上の β -FeOOH粒子粉末は、塩化第二鉄水溶液を70~90℃の温度範囲で加熱処理することにより加水分解する方法等により得ることができる。

本発明における β -FeOOHを含む懸濁液は、酸性

1 1

い。130℃以上である場合にもヘマタイト粒子は生成するが、高压容器等特殊な装置を必要とする為、工業的、経済的ではない。

本発明における還元性ガス中における加熱還元処理及び酸化処理は常法により行うことができる。

また、出発原料であるヘマタイト粒子は、加熱処理に先立って通常行われるSi、Al、P化合物等の焼結防止効果を有する物質によってあらかじめ被覆処理しておくことにより、より分散性の優れた磁性酸化鉄粒子粉末を得ることができる。

【実施例】

次に、実施例並びに比較例により本発明を説明する。

尚、以下の実施例における粒子の平均径は、電子顕微鏡写真から測定した数値の平均であり、比表面積はBET法により測定した値である。

実施例1

Fe²⁺0.05mol/lを含むFeCl₂水溶液500mlを80℃で30分間加熱して、黄褐色沈殿粒子を生成させた。この時の懸濁液のpHは1.3であった。反応液

であることが必要であり、酸性でない場合、100~130℃の温度領域においては β -FeOOHが安定して生成する為ヘマタイト粒子が生成しない。

本発明における β -FeOOH粒子を含む酸性懸濁液の濃度は0.1 mol/l未満である。0.1 mol/l以上である場合には、ヘマタイト粒子が生成しない。

本発明におけるリン化合物としては、メタリン酸、次亜リン酸、亜リン酸、正リン酸、ピロリン酸及びこれ等の塩等無機リン化合物を用いることができる。

リン化合物の添加量は、懸濁液中のFe量に対し、P換算で0.1~2.0原子%である。0.1原子%以下である場合には、本発明の目的とする回転楕円形を呈したヘマタイト粒子を得ることができない。2.0原子%以上である場合にも、回転楕円形を呈したヘマタイト粒子が得られるが、ヘマタイト粒子の生成反応に長時間を要する。

本発明における反応温度は、100~130℃である。100℃以下である場合には、 β -FeOOHの溶解が十分に進行しない為ヘマタイト粒子が生成しな

1 2

の一部を抜き取り、水洗、伊通、乾燥して得られた黄褐色粒子粉末の電子顕微鏡写真(×100,000)を図1に示す。この黄褐色粒子粉末は、X線回折の結果、 β -FeOOHであり、比表面積は190 ml/gであった。

上記0.05mol/lの β -FeOOH粒子を含むpH1.3の酸性懸濁液に正リン酸0.05g(Fe量に対しP換算で1.0原子%に該当する。)を添加した後、密閉容器中に入れ、125℃で15時間水熱処理して赤褐色沈殿を生成させた。赤褐色沈殿を水洗、伊通、乾燥して得られた粒子粉末は、図2に示すX線回折に示す通り、ヘマタイトであり、図3に示す電子顕微鏡写真(×20,000)から明らかな通り、平均粒子径が0.7 μ mであって軸比(長軸:短軸)が2:1である実質的に高密度な回転楕円形を呈した粒子であり、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、且つ、個々の粒子が独立した粒子であった。

上記ヘマタイト粒子粉末70gを1lのレトルト還元容器中に投入し、駆動回転させながらH₂ガス

を毎分1ℓの割合で通気し、還元温度350℃で還元してマグネタイト粒子粉末を得た。得られたマグネタイト粒子粉末は、図4に示す電子顕微鏡写真(×8,000)に示す通り、平均粒子径が0.7μmであって軸比(長軸:短軸)が2:1である実質的に高密度な回転楕円形を呈した粒子であり、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、且つ、個々の粒子が独立した粒子であった。また、磁気測定の結果、保磁力Hcは248 Oe、飽和磁化σsは92.1emu/gであった。

上記マグネタイト粒子粉末70gを空气中300℃で60分間酸化してマグヘマイト粒子粉末を得た。得られたマグヘマイト粒子粉末は、図5に示す電子顕微鏡写真(×8,000)に示す通り、平均粒子径が0.7μmであって軸比(長軸:短軸)が2:1である実質的に高密度な回転楕円形を呈した粒子であり、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、且つ、個々の粒子が独立した粒子であった。また、磁気測定の結果、保磁力Hcは174 Oe、飽和磁化σsは81.5emu/gであった。

15

軸)が2:1である実質的に高密度な回転楕円形を呈した粒子であり、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、且つ、個々の粒子が独立した粒子であった。また、磁気測定の結果、保磁力Hcは155 Oe、飽和磁化σsは90.6emu/gであった。

上記マグネタイト粒子粉末70gを空气中300℃で60分間酸化してマグヘマイト粒子粉末を得た。得られたマグヘマイト粒子粉末は、電子顕微鏡観察の結果、平均粒子径が0.3μmであって軸比(長軸:短軸)が2:1である実質的に高密度な回転楕円形を呈した粒子であり、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、且つ、個々の粒子が独立した粒子であった。また、磁気測定の結果、保磁力Hcは105 Oe、飽和磁化σsは78.6emu/gであった。

実施例3

0.01mol/ℓのβ-FeOOH粒子(BET比表面積220m²/g)を含むpH1.3の酸性懸濁液に正リソ酸0.10g(Fe価に対しP換算で2.0原子%に該当する。)を添加した後、密閉容器中に入れ、125℃で15時

実施例2

0.01mol/ℓのβ-FeOOH粒子(BET比表面積240m²/g)を含むpH1.4の酸性懸濁液にピロリン酸0.004g(Fe価に対しP換算で0.5原子%に該当する。)を添加した後、密閉容器中に入れ、105℃で12時間水熱処理して赤褐色沈澱を生成させた。赤褐色沈澱を水洗、伊過、乾燥して得られた粒子粉末は、X線回折の結果、ヘマタイトであり、図4に示す電子顕微鏡写真(×20,000)から明らかな通り、平均粒子径が0.3μmであって軸比(長軸:短軸)が2:1である実質的に高密度な回転楕円形を呈した粒子であり、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、且つ、個々の粒子が独立した粒子であった。

上記ヘマタイト粒子粉末70gを1ℓのレトルト還元容器中に投入し、駆動回転させながらH₂ガスを毎分1ℓの割合で通気し、還元温度350℃で還元してマグネタイト粒子粉末を得た。得られたマグネタイト粒子粉末は、電子顕微鏡観察の結果、平均粒子径が0.3μmであって軸比(長軸:短

16

間水熱処理して赤褐色沈澱を生成させた。赤褐色沈澱を水洗、伊過、乾燥して得られた粒子粉末は、X線回折の結果、ヘマタイトであり、電子顕微鏡観察の結果、平均粒子径が0.5μmであって軸比(長軸:短軸)が3:1である実質的に高密度な回転楕円形を呈した粒子であり、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、且つ、個々の粒子が独立した粒子であった。

上記ヘマタイト粒子粉末70gを1ℓのレトルト還元容器中に投入し、駆動回転させながらH₂ガスを毎分1ℓの割合で通気し、還元温度350℃で還元してマグネタイト粒子粉末を得た。得られたマグネタイト粒子粉末は、電子顕微鏡観察の結果、平均粒子径が0.5μmであって軸比(長軸:短軸)が3:1である実質的に高密度な回転楕円形を呈した粒子であり、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、且つ、個々の粒子が独立した粒子であった。また、磁気測定の結果、保磁力Hcは304 Oe、飽和磁化σsは91.3emu/gであった。

上記マグネタイト粒子粉末70gを空气中300℃

17

18

で60分間酸化してマグヘマイト粒子粉末を得た。
得られたマグヘマイト粒子粉末は、電子顕微鏡観察の結果、平均粒子径が $0.5 \mu\text{m}$ であって軸比（長軸：短軸）が3：1である實質的に高密度な回転楕円形を呈した粒子であり、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、且つ、個々の粒子が独立した粒子であった。また、磁気測定の結果、保磁力 H_c は260 Oe、飽和磁化 σ_s は78.2emu/gであった。

比較例 1

正リン酸を添加しなかった以外は、実施例 1 と同様にして赤褐色沈澱を生成させた。

赤褐色沈澱を水洗、伊過、乾燥して得られた粒子粉末は、X線回折の結果、ヘマタイト粒子であり、図 7 に示す電子顕微鏡写真（ $\times 10,000$ ）から明らかな通り、平均粒径が $0.6 \mu\text{m}$ の等方的粒子であった。

比較例 2

120 ml/g の $\beta\text{-FeOOH}$ を含む pH1.3 の酸性懸濁液を用いた以外は、実施例 1 と同様にして水熱処理して

黄褐色沈澱を生成させた。黄褐色沈澱を水洗、伊過、乾燥して得られた粒子粉末は、X線回折の結果及び図 8 に示す電子顕微鏡写真（ $\times 100,000$ ）から明らかな通り、 $\beta\text{-FeOOH}$ のままであった。

比較例 3

0.15mol/l の $\beta\text{-FeOOH}$ 粒子を含む pH1.3 の酸性懸濁液を実施例 1 と同様にして水熱処理して黄褐色沈澱を生成させた。黄褐色沈澱を水洗、伊過、乾燥して得られた粒子粉末は、図 9 に示す X 線回折及び図 10 に示す電子顕微鏡写真（ $\times 30,000$ ）から明らかな通り、 $\beta\text{-FeOOH}$ のままであった。

比較例 4

水熱処理の温度を95℃とした以外は、実施例 1 と同様にして黄褐色沈澱を生成させた。黄褐色沈澱を水洗、伊過、乾燥して得られた粒子粉末は、図 11 に示す X 線回折及び図 12 に示す電子顕微鏡写真（ $\times 100,000$ ）から明らかな通り、 $\beta\text{-FeOOH}$ のままであった。

〔発明の効果〕

本発明における磁性酸化鉄粒子粉末の製造法に

19

よれば、前出実施例に示した通り、粒子表面並びに粒子内部に空孔が存在しておらず實質的に高密度であって、且つ、粒度が均斉で樹枝状粒子が混在しておらず、しかも軸比（長軸：短軸）が小さい回転楕円形を呈した磁性酸化鉄粒子からなる回転楕円形を呈した磁性酸化鉄粒子粉末を得ることができるので、高性能、高密度記録用磁性粒子粉末として好適なものである。

4. 図面の簡単な説明

図 1、図 3 乃至図 8、図 10 及び図 12 はいずれも電子顕微鏡写真であり、図 1、図 8、図 10 及び図 12 は、それぞれ実施例 1、比較例 2、比較例 3 及び比較例 4 で得られた $\beta\text{-FeOOH}$ 粒子粉末、図 3、図 6 及び図 7 は実施例 1、実施例 2 及び比較例 1 により得られたヘマタイト粒子粉末、図 4 は実施例 1 で得られたマグネタイト粒子粉末、図 5 は実施例 1 で得られたマグヘマイト粒子粉末である。

図 2、図 9 及び図 11 は、いずれも X 線回折図であり、それぞれ実施例 1 で得られたヘマタイト粒子粉末、比較例 3 及び 4 で得られた $\beta\text{-FeOOH}$ 粒子

20

粉末である。

特許出願人

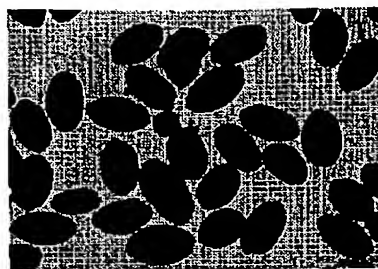
戸田工業株式会社

図 1



($\times 100000$)

図 3



($\times 20000$)

図 2

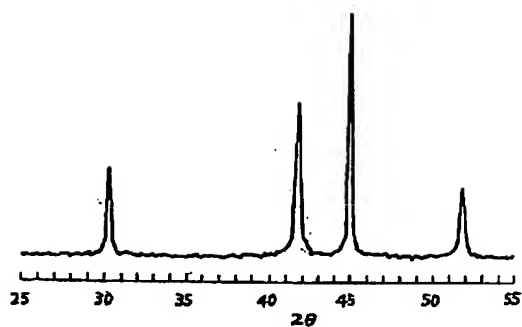
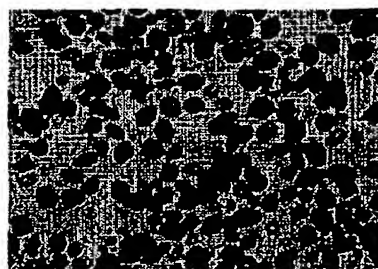
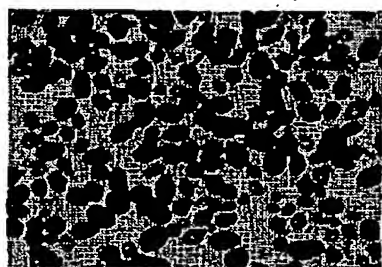


図 4



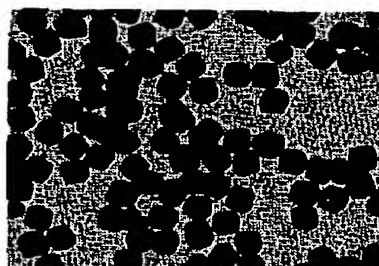
($\times 8000$)

図 5



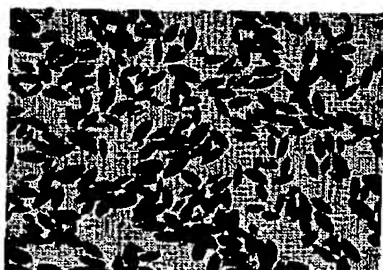
($\times 8000$)

図 7



($\times 10000$)

図 6



($\times 20000$)

図 8



($\times 100000$)

図 9

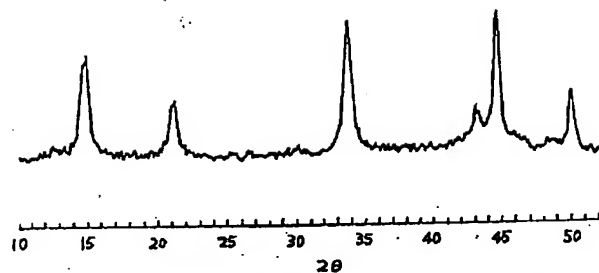


図 11

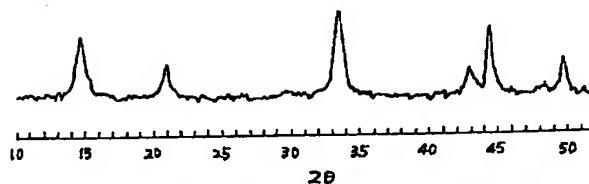
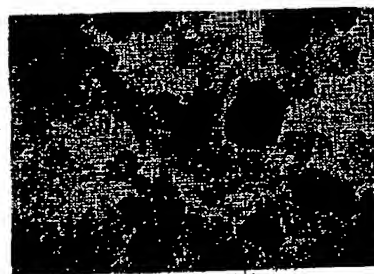


図 10



(×30000)

図 12



(×100000)